



AUSLEGESCHRIFT 1100887

P 14371 IVc/32a

ANMELDETAG: 28. JUNI 1955

BEKANNTMACHUNG
DER ANMELDUNG
UND AUSGABE DER
AUSLEGESCHRIFT:

2. MÄRZ 1961

1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Rohren und anderen Profilkörpern aus durchsichtigem, reinem Quarz durch Ausziehen eines in einem ersten Schmelzvorgang in einem Hochfrequenzinduktionsofen erschmolzenen, für den Ziehvorgang wieder geschmolzenen Schmelzlings und eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu schaffen, nach welchem durchsichtige Rohre und andere ebenfalls im Strang herstellbare Profilkörper aus reinem, geschmolzenem Quarz von besonders guter Qualität hergestellt werden können, die mit Sicherheit keine Fehlerstellen, wie Bläschen, Streifen oder schwarze Punkte, aufweisen, sondern eine außerordentlich gute Durchsichtigkeit für ultraviolette und infrarote Strahlen und genaue, praktische toleranzlose Abmessungen besitzen.

Es ist bereits bekannt, ein langes Stäbchen von einem zum anderen Ende in aufeinanderfolgenden Zonen zu erschmelzen. An der Begrenzungsfläche zwischen bereits erschmolzenem und noch festem Material erfolgt eine Anreicherung an Verunreinigungen, die sich dann letztlich am oberen Ende des Stäbchens anammeln. Durch Abschneiden dieses Endes können somit die Verunreinigungen entfernt werden und ein reines Endprodukt erzielt werden. Dadurch, daß man diesen bekannten Verfahrensgang mehrmals wiederholt, ist es möglich, ein vollkommen von Verunreinigungen freies Endprodukt zu erzielen. Nach diesem bekannten Verfahren werden insbesondere Halbleiter aus Germanium oder Silizium hergestellt, die jedoch bei Temperaturen schmelzen, die wesentlich tiefer als die Schmelztemperatur des Quarzes liegen. So schmilzt z. B. Germanium bei 958°C , Silizium bei 1400°C , während der Quarz erst bei 1700°C schmilzt. Dieses sogenannte Zonenschmelzverfahren ist zur Herstellung von aus reinem Quarz bestehenden Formkörpern im großindustriellen Maßstab nicht anwendbar, da mit diesem bekannten Verfahren für diese Zwecke nicht wirtschaftlich gearbeitet werden kann.

Das der Erfindung zugrunde liegende Ziel, nämlich Schaffung eines Verfahrens zur Herstellung von Rohren und anderen Profilkörpern aus durchsichtigem, reinem Quarz, wird dadurch erreicht, daß das Einstimmen des pulvormigen oder körnigen, praktisch reinen Quarzes in einem Induktionsofen erfolgt, wobei zuerst der Ofen mit voller Stärke gefahren wird, so daß die Temperatur des Quarzes schnell bis auf etwa 375°C ansteigt, und anschließend die Stärke des Ofens verringert wird, so daß die Temperatur des Quarzes langsamer bis etwa 1750°C ansteigt und ein Fortschreiten des Wanderns der Verunreinigungen quer durch die Quarzmasse erfolgt, wobei die Verunreinigungen durch Einwirken eines Vakuums auf der Seite,

Verfahren und Vorrichtung
zur Herstellung von Rohren
aus durchsichtigem, reinem Quarz

5

Anmelder:

Quartz & Silice Société Anonyme, Paris

Vertreter: Dipl.-Ing. R. H. Bahr
und Dipl.-Phys. E. Betzler, Patentanwälte,
Herne, Freiligrathstr. 19Beanspruchte Priorität:
Frankreich vom 30. Juni, 4. September 1954,
6. Juni und 10. Juni 1955Henri George, Paris,
ist als Erfinder genannt worden

2

25 auf welcher sie austreten, entfernt werden und der homogene, aus reinem, durchsichtigem Quarz bestehende Schmelzling in einem zweiten Schmelzverfahren zuerst langsam, dann schneller auf eine etwas höher als die Schmelztemperatur liegende Temperatur von etwa 2000°C erhitzt wird, die dann während des Ziehverfahrens stufenweise wieder gesenkt wird.

Gemäß diesem Verfahren wird das Quarzpulver, das das Ausgangsmaterial darstellt, nicht in kleinen aufeinanderfolgenden Zonen erschmolzen, um dann die Zone, die bereits erschmolzen war, sich wieder verfestigen zu lassen, sondern man schmilzt die gesamte Ausgangsmasse im Block, und zwar von außen nach innen, so daß das gesamte Quarzpulver zu einem bestimmten Zeitpunkt in geschmolzenem Zustand vorliegt. Dieses Ziel der Erfindung, und zwar die langsame und progressive Erschmelzung, wird durch die Verringerung der an den Ofen angelegten Stromstärke erreicht, wobei die Verunreinigungen zum Innern des Ofens wandern können, wo sie dann durch das Vakuum, das hier angeschlossen wird, entfernt werden. Ist die gesamte Ausgangsquarzmasse vollständig erschmolzen, wird sie gekühlt, und man erhält auf diese Weise einen aus reinem, geschmolzenem amorphem Silizium bestehenden Schmelzling, der wieder auf die Erweiterungstemperatur erhitzt, dann für das Ziehverfahren stufenweise gekühlt wird.

Die zur Durchführung des Verfahrens besonders geeignete Vorrichtung besteht aus einem Hochfrequenz-Vakuum-Induktionsofen, der aus einem Innenrohr aus

mehreren aneinander angeordneten, ineinander eingeschalteten reinen Graphitringen, einem koaxial zu diesem angeordneten Außenrohr aus geschmolzenem Quarz, das von der Hochfrequenzwicklung, deren Windungen im oberen und im unteren Bereich enger aneinander liegen als in ihrem mittleren Bereich, umgeben ist, und einem Mittelrohr aus Quarz besteht, wobei der Raum zwischen dem Innenrohr und dem Mittelrohr sowie der untere Teil des Innenrohrs mit einer Wärmeisolation aus Körpern aus reinem Siliziumkarbid ausgefüllt ist und der außen gewindeartig gerillte und aus einem Stapel von ringförmigen Elementen zusammengesetzte Schmelziegel, dessen Innenwandung aus einer Reihe von ineinander geschachtelten Graphitrohren besteht, die nach unten zu leicht konisch ausgebildet sind und deren Mantel Löcher aufweist, im Innern des Innenrohrs angeordnet ist und die verschiedenen Rohre auf einer von unten gekühlten Platte aufruhen.

Weitere Merkmale und Einzelheiten der Erfindung werden bei der folgenden Einzelbeschreibung derselben an Hand der Zeichnungen, die Ausführungsbeispiele von Öfen und Vorrichtungen gemäß der Erfindung veranschaulichen, erläutert werden. Von den Zeichnungen ist

Fig. 1 ein Schaubild, das die idealen Kurven für die Temperatur und den Druck, die bei der Durchführung des neuen Verfahrens Verwendung finden, und der dem elektrischen Ofen zugeführten Leistung zeigt;

Fig. 2 ist ein Querschnitt durch den zur Erzeugung des Schmelzlings verwendeten Ofen;

Fig. 3 ist ein Vertikalschnitt durch den unteren Teil des Ofens in größerem Maßstab;

Fig. 4 ist ein vertikaler Schnitt durch den mittleren Teil des in Fig. 2 dargestellten Ofens;

Fig. 5 ist ein Vertikalschnitt durch den oberen Teil des in Fig. 2 dargestellten Ofens;

Fig. 6 ist ein Teilschnitt durch die Tiegelwandung;

Fig. 7 ist eine Seitenansicht der Gesamtanordnung des Ziehofens;

Fig. 8 ist ein Vertikalschnitt durch den Ofen gemäß Fig. 7, der die Innenausbildung desselben veranschaulicht;

Fig. 9 ist ein Vertikalschnitt durch die Vorrichtung zum Tragen und Verstellen des Düsenkerns und des Dornes;

Fig. 10 ist eine Ansicht auf Fig. 9;

Fig. 11 ist ein Schaubild der Kurve, welche die dem Ziehofen zugeführte Leistung anzeigt;

Fig. 12 veranschaulicht schematisch die Arbeitsweise des Ziehdornes, und

Fig. 13 ist ein Querschnitt durch eine andere Ausführungsform des Ziehdorns und der Ziehdüse.

Für die Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung werden Körner oder ein Pulver von sehr reinen gemahlenen Quarzkristallen, die durch das 60-Maschen-Sieb, jedoch nicht durch das 200-Maschen-Sieb hindurchgehen, verwendet. Es hat sich gezeigt, daß Körner von größeren Abmessungen außerordentlich hohe anteilige Mengen an natürlichen Verunreinigungen, wie Eisen und Eisensalzen, enthalten.

Andererseits haben Körner, die durch das 200-Maschen-Sieb hindurchgehen, je Masseneinheit eine zu große Oberfläche, woraus sich ergibt, daß in einer aus so kleinen Teilchen bestehenden Masse eine zu große anteilige Menge an Luft und Gasen enthalten ist, was zur Bildung von Bläschen in dem Schmelzling führt.

Ferner ist es von außerordentlicher Bedeutung, daß in dem Tiegel ein möglichst kompakter Körper aus dem Ausgangsmaterial enthalten ist. Wenn es auch nicht ausschlaggebend ist, daß die Abmessungen der

Teilchen genau innerhalb der Begrenzungen, die durch das 60- und durch das 200-Maschen-Sieb bestimmt sind, liegen, ist es doch im Hinblick auf die Erzielung einer optimalen Dichte des Massekörpers von Bedeutung, daß die Abmessungen der Teilchen innerhalb der betrachteten Zone sehr gleichmäßig verteilt sind.

Eine genaue Verteilung der Abmessungen ist nicht unbedingt von Bedeutung, jedoch ist es nicht zweckmäßig, daß die feinen Teilchen gegenüber den größeren Teilchen oder umgekehrt in bezug auf ihre anteilige Menge überwiegen.

Zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung kann in der folgenden Weise gearbeitet werden:

Etwa 7 kg Quarz in den obengenannten Korngrößen werden in den Tiegel eines elektrischen Ofens gegeben und das Innere des Ofens innerhalb von 15 Minuten mittels einer Pumpe mit einer Leistung von etwa 150 cbm stündlich evakuiert, worauf dann $\frac{1}{2}$ Stunde lang dem Ofen die volle elektrische Leistung zugeführt wird. Die Kurve A in Fig. 1, in der die Zeitdauer in Stunden als Abszissen und die Temperaturen als Ordinaten aufgetragen sind, zeigt, daß die Temperatur der Beschickung sehr schnell bis auf etwa 375°C ansteigt. Von diesem Augenblick an wird die dem Ofen zugeführte Leistung etwa 1 Stunde lang erheblich verringert. Die Temperatur der Charge steigt demzufolge wohl weiter, jedoch langsamer an. Die Kurve A veranschaulicht die ideale Geschwindigkeit des Temperaturanstieges. Wenn der Temperaturanstieg zu schnell wird, so treten starke Temperaturgefälle innerhalb der Beschickung auf, mit dem Ergebnis, daß zahlreiche Körner verdampfen und die Kieselsäuredämpfe, die sich kondensieren, den Schmelzling verderben. Ein langsamerer Temperaturanstieg ist zwar möglich, verlängert jedoch das Verfahren unnötig, weil hierdurch die Zeitdauer verlängert wird, während der Ofen arbeiten muß.

Die Kurve B in Fig. 1, die die Zeitdauer in Stunden als Abszissen und die Leistung in Kilowatt als Ordinaten wiedergibt, veranschaulicht Mittelwerte der Geschwindigkeit des Anstiegs der Leistung in Kilowatt, die sich auf Grund der praktischen Erfahrungen als zweckmäßig erwiesen haben. Diese Geschwindigkeit ändert sich jedoch bei jedem Arbeitsvorgang infolge der kleinen Unterschiede der Dichte der Beschickung und des Widerstandes des Graphits, die sich ergeben.

Die Periode der verlängerten Erhitzung stellt einen erheblichen Unterschied gegenüber der bisher üblichen Arbeitsweise dar. Die bekannten Verfahren tragen nicht der Tatsache Rechnung, daß die Geschwindigkeit der Erhitzung der Charge von entscheidendem Einfluß auf die Qualität des Erzeugnisses ist.

Die Charge wird, um sie hinreichend flüssig zu machen und damit das Herabfließen des geschmolzenen Gutes auf den Boden des Graphittiegels unter der Wirkung der Schwerkraft zu ermöglichen bzw. das Ausfüllen des unteren Teiles des Tiegels zu sichern, bis auf oberhalb des Schmelzpunktes erhitzt.

Die langsame Erhitzung der Charge verringert das Temperaturgefälle zwischen der Außen- und der Innenfläche der ringförmigen Masse aus Quarzkörnern. Es hat sich gezeigt, daß durch diese Verringerung des Temperaturgefälles ein fortlaufendes Schmelzen der Charge von den Außenzonen nach der Mitte zu erzielt werden kann. Wenn der Schmelzvorgang zu schnell erfolgt, so bleiben die gasförmigen Verunreinigungen und Festkörper in dem endgültigen Schmelzling eingeschlossen.

Ferner begünstigt die langsame Erhitzung das fort schreitende Wandern der Verunreinigungen que-

durch die Masse. Es wird weiter unten noch erläutert werden, daß es vorteilhaft ist, im Zentrum der Be- schickung einen von Löchern durchbohrten Kamin anzuordnen. Durch diesen werden unter der Wirkung des im Innern des Ofens erzeugten Vakuums die Verunreinigungen in sehr wirksamer Weise abgesaugt. Da die Charge etwa am Ende der vierten Stunde schmilzt, ergibt sich dann dadurch, daß einige Quarzkörper verdampfen, eine leichte Erhöhung des Druckes in dem Ofen. Bei den hohen Temperaturen tritt eine chemische Reaktion zwischen dem Quarz und dem Graphit ein. Der Quarz verdampft, und es bilden sich Kohlenmonooxyd und Kohlendioxyd in Gasform. Die langsame Erhöhung der Temperatur verringert die Zeitdauer, während der die Temperatur des Tiegels und des geschmolzenen Quarzes hinreichend hoch ist, um ein Freiwerden von Gas in nennenswertem Umfange zu bewirken.

Die Vakuumpumpe arbeitet während des ganzen Vorgangs. Sie evakuiert fast die Gesamtheit der gasförmigen Produkte und bewahrt dadurch den geschmolzenen Quarz in wirksamer Weise von Verunreinigungen.

Die Erhöhung des Druckes, die aus der Kurve C in Fig. 1 ersichtlich ist, in der die Drücke in mm Hg als Ordinaten aufgetragen sind, zeigt an, daß der Schmelzvorgang gut beendet ist. Im allgemeinen ist dies der Fall, wenn die Temperatur 1750°C und der Druck 2,5 mm Hg erreicht hat. Dann wird der Energieerzeuger stillgesetzt, die Pumpe abgeschaltet und der Ofen geöffnet, um den Tiegel herauszunehmen. Der Schmelzling bzw. der diesen enthaltende Tiegel wird in einen Behälter eingebracht und, um eine verhältnismäßig langsame Kühlung zu bewirken, völlig mit Sand bedeckt.

Als Abschluß des Vorgangs wird der Tiegel zerbrochen und von dem Schmelzling getrennt, dessen Oberfläche mit dem Sandstrahlgebläse gereinigt wird. Nunmehr ist der Schmelzling bereit zur Einführung in den Ziehofen, in dem er zu runden oder auch profilierten Rohren oder Gegenständen verformt wird.

Nachstehend wird nunmehr die Anlage zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung im einzelnen beschrieben.

Der Ofen zur Durchführung des Verfahrens besteht aus einer Reihe von röhrenförmigen Hohlkörpern, die konzentrisch in bezug auf eine vertikale Achse angeordnet sind. Er wird von einem Sockel 10 getragen, der seinerseits auf einem festen vibrationsfreien Fundament aufruht.

Auf dem Sockel 10 (Fig. 3) ist eine dicke Stahlplatte 14 befestigt, die auf ihrer unteren Fläche eine ringförmige Vertiefung aufweist, in die eine Kupferschlange 16 eingelegt ist, durch deren Wirkung eine Überhitzung der Platte verhindert wird.

Unterhalb der Platte 14 ist an diese durch mehrere Schrauben 20 ein plattenförmiger Deckel 18 befestigt, der die Schlange 16 schützt. Die Platte 14 weist eine zentrale Bohrung auf, in die ein Rohr 24 eingesetzt ist, das durch ein Schauglas 22 abgeschlossen ist, durch das mittels eines optischen Pyrometers die Temperaturen kontrolliert werden können.

Die obere Fläche der Stahlplatte 14 weist eine ringförmige unterschnittene Aussparung auf, in die ein Kautschukkörper 26 eingesetzt ist, auf dem die untere Kante eines großen Rohres bzw. eines Mittelrohres 28 aus geschmolzenem Quarz aufruht, das z. B. einen Innendurchmesser von 25 cm und eine Höhe von 1,20 m besitzen kann.

Auf der Platte 14 ruht ferner ein anderes Quarzrohr 30 von größerem Durchmesser, jedoch wesentlich geringerer Höhe. Dieses Rohr trägt die zur Energieversorgung des Ofens dienende Induktionswicklung. Auf seine Stirnkante ist eine ringförmige Platte 32 aus thermisch und elektrisch isolierendem Werkstoff, wie mit einem geeigneten Bindemittel verformtem Asbest, aufgesetzt, die sich bis sehr nahe an das Mittelrohr 28 erstreckt. Auf dieser Platte ist mit Hilfe von Bolzen ein ringförmiger Körper 34 befestigt, dessen Innendurchmesser etwas größer als der des Ringes 32 ist, so daß zwischen beiden ein Schulterabsatz gebildet wird, auf welchem ein Ring 38 aus weichem Asbest liegt.

Auf diesem Asbestring ruht die untere Kante eines Außenrohres 36 aus geschmolzenem Quarz auf. Die Ringe 32 und 34 werden durch auf Isolatoren 42 aufgeschraubte Bolzen 40 gehalten. Auf den oberen Teil jedes Isolators ist ein Metallstäbchen 46 aufgeschraubt, das durch ein Schutzrohr oder eine Schutzmuffe 48 aus geschmolzenem Quarz abgedeckt ist. In der halben Höhe des Rohres 36 erstrecken sich die Stäbchen 46 in eine andere Reihe von Isolatoren 42 und eine zweite Reihe von Stäbchen 46, die ebenfalls durch Muffen 48 aus geschmolzenem Quarz abgedeckt sind, endet oben in einer dritten Reihe von Isolatoren 42, die an den Ringen 32 und 34 analog ausgebildeten, jedoch umgekehrt angeordneten Ringen 50 und 52 (Fig. 5) befestigt sind.

Der obere Teil des Außenrohres 36 liegt einem Ring 54 aus weichem Asbest an. Die aus dem Rohr 36, den Stäbchen, Ringen und Isolatoren bestehende Gesamtheit wird durch sich durch die Ringe 50 und 52 erstreckende Bolzen 56 und Kontermuttern 58 zusammengehalten. Um das Außenrohr 36 herum liegen die Spiralwindungen einer Kupferschlange 60 von rechteckigem Querschnitt, durch die ein Kühlwasserstrom fließen kann. Diese Windungen sind am oberen und unteren Ende der Schlange weniger weit voneinander entfernt als im mittleren Bereich.

Dies stellt ein wesentliches Merkmal der Vorrichtung dar, denn im Falle einer Anordnung der Spirale mit gleichen Abständen der Windungen voneinander sind, wie gefunden wurde, die Wärmeverluste an den Enden des Ofens so groß, daß sich eine ungleichmäßige Erhitzung und deshalb ein Schmelzling von schlechter Qualität ergibt. Diese Tatsache läßt besonders deutlich die Bedeutung der genauen Innenhaltung der zur Durchführung des Verfahrens erforderlichen Arbeitsbedingungen erkennen und zeigt den großen Unterschied auch zwischen der bei der Herstellung von Glas gegenüber der bei der Herstellung von Erzeugnissen aus verglaster Kieselsäure angewandten Arbeitsweise.

Der Zutritt und Abfluß des Wassers in und aus der Schlange 60 erfolgt über Anschlüsse, die mit einer nicht dargestellten Wasserpumpe und einem ebenfalls nicht dargestellten Vorratsbehälter in Verbindung stehen.

Ferner ist die Kühlslange an eine nicht dargestellte Vorrichtung angeschlossen, die ihr eine Leistung von 20 kW bei 200 V und 4000 Hz zuführt.

Der zweckmäßige Abstand zwischen den Windungen der Spirale wird durch Distanzkörper 68 aus Glimmer oder anderem geeigneten Werkstoff gesichert. Die Zwischenräume zwischen den benachbarten Windungen werden durch Asbestschnurwicklungen 66 ausgefüllt.

Das letzte Außenelement des Ofens ist ein Deckel 70 aus Stahl, der auf seiner unteren Fläche eine ring-

förmige unterschnittene Aussparung, die einen Asbestring 72 od. dgl. aufnimmt, aufweist, dem die obere Stirnkante des Mittelrohres 28 abdichtend anliegt. Der Deckel ist in seinem oberen Teil ausgehöhlt und nimmt in diesem Hohlraum eine von Kühlwasser durchströmte Kupferrohrschlange 74 auf. Diese ist von einer dünnen Platte 76 überdeckt, die durch mehrere Schrauben 78 an der Platte 70 befestigt ist.

Die Deckplatte 70 aus Stahl weist eine mittlere Öffnung auf. In diese ist dicht ein Abführungsrohr 80 eingesetzt, an das sich unter Zwischenschaltung einer Dickung 82 ein zu der Vakuumpumpe sowie einem Dampfkondensator 85 (Fig. 2) führendes Rohr 84 anschließt.

Das Innere des Ofens besteht im wesentlichen aus einem Innenrohr, das auf einem konzentrisch zu den Rohren 28 und 30 angeordneten kleinen Ring 90 aus Quarz aufruht und aus mehreren übereinander angeordneten, oben und unten ineinander eingezapften Graphitringen besteht. Die Zusammensetzung des Innenrohres aus mehreren Teilen ist wirtschaftlicher und erleichtert die Ausfüllung des Zwischenraumes zwischen dem Mittelrohr 28 und dem Innenrohr mit einem wärmeisolierenden Material, als das z. B. Körner von reinem Siliziumkarbid verwendet werden können.

Mit solchem wärmeisolierendem Material muß auch der Raum zwischen den beiden Enden des Innenrohres ausgefüllt werden. In etwa 30 cm Entfernung von der Grundplatte 14 ist in das Innenrohr ein Ring 94 eingeschaltet, der einen inneren Kragenansatz bildet, von dem der die Charge aus Quarzpulver enthaltende Tiegel getragen wird.

Der Tiegel besteht aus reinem Graphit und weist unten einen ringförmigen Ansatz 96 auf, der seinerseits das untere Ende eines Stapels von Graphitkästen trägt, die die Außenwandungen des Tiegels bilden und außen mit Rillen 99 versehen sind (Fig. 6). Diese Rillen erleichtern die Trennung des Schmelzlings von dem Tiegel und verhindern ein Abblättern seiner Oberfläche.

Die Innenwandung des Tiegels besteht ebenfalls aus einer Reihe von ineinander eingeschachtelten Graphitrohren 100, die nach unten zu leicht konisch gestaltet sind und deren Wandungen Löcher aufweisen.

Diese Innenrohre 100 bilden einen perforierten, zentralen Kamin, der sich in vertikaler Richtung durch den Tiegel erstreckt. In ihm ist zentrisch ein Rohr 102 angeordnet, das auf das Rohr 24 aufgesetzt ist und in seinem oberen Teil durch eine von einem Loch 106 durchbohrte Haube 104 abgedeckt ist. Dies ermöglicht es, die Temperatur des Ofens mittels eines an das untere Ende des Rohres 24 angesetzten optischen Pyrometers zu überwachen.

Der Tiegel 98 ist durch einen Körper 108 abgedeckt, der einen kleinen ringförmigen Einsatz 110 trägt, dessen obere Kante mit Kerben versehen ist. Dieser Einsatz trägt seinerseits je in einem geringen Abstand voneinander fünf Kästen 112, die unter Zwischenschaltung von Graphitabstandshaltern 114 aufeinander aufruhen. Die Böden dieser Kästen sind perforiert. Jeder Kasten trägt einen ringförmigen Deckel und ist mit Siliziumkarbidkörpern gefüllt. Diese Kästen dienen dazu, die Wärmeverluste im oberen Teil des Ofens zu verringern.

Außerdem ist auch der Raum zwischen dem Mittelrohr 28 und dem Innenrohr 92, ferner auch der Raum zwischen dem Tiegel und den Rohren 90, 92 und 102, jedoch lediglich von der Platte 14 beginnend, auf eine Höhe, die bei dem Ausführungsbeispiel 12,5 cm betragen kann, mit dem Wärmeisolierungsmittel gefüllt.

5 Im oberen Teil des Ofens ruht auf dem Siliziumkarbidfutter ein Quarzring 120 auf, dessen Zweck eine Verringerung etwaiger Verluste an Siliziumkarbidkörnern ist, die eintreten könnten, sobald das Vakuum zur Einwirkung gelangt.

10 Die vorstehend beschriebene Vorrichtung zur Herstellung von ringförmigen Schmelzlingen kann auch für die Herstellung von vollwandigen Schmelzringen Verwendung finden. Es ist in diesem Fall lediglich notwendig, das zentrale Rohr zu entfernen.

15 Es ist von besonderer Bedeutung, daß die im Innern des Ofens befindlichen Werkstoffe, insbesondere die Bauteile aus Graphit, den höchstmöglichen Reinheitsgrad besitzen. Auch das Isolierfutter muß vorher einer Behandlung unterzogen werden, durch die seine natürlichen Verunreinigungen, wie Eisen, entfernt werden, weil sonst der hergestellte Schmelzling nicht homogen, sondern bläsig und schwarz bzw. rot gefärbt sein würde.

20 Vor der nunmehr folgenden Einzelbeschreibung der für den Ziehvorgang gemäß der Erfindung verwendeten Vorrichtungen ist noch auf einige grundsätzliche Faktoren hinzuweisen.

25 Gemäß Fig. 8 befindet sich ein Schmelzling 225 aus reinem durchsichtigem Quarz in einem Tiegel 212 aus reinem Graphit, in welchem der Schmelzling mit seinem unteren Teil auf einem etwa kegelstumpfförmig gestalteten Düsenkern 226 aufruht. Von dem unteren Ende dieses Düsenkerns getrennt liegt der ringförmige Ziehdüsenkörper 224, der ebenfalls aus reinem poliertem Graphit besteht. An der Unterseite des Kerns 226 ist ein Hohldorn 232 aus Graphit aufgehängt.

30 Die Ziehdüse wird durch einen entfernabaren Stopfen 242 verschlossen. Beim Passieren der Düse trifft das Schmelzgut auf den Dorn 230 auf und ergießt sich um diesen. In einem gewissen Abstand unterhalb des Endes des Dornes sind Ziehrollen 249 (Fig. 7) angeordnet.

35 Gemäß einem Merkmal der Erfindung werden die 40 genauen Abmessungen der hergestellten Rohre dadurch gesichert, daß die Viskosität des geschmolzenen Quarzes während des Ziehvorgangs konstant gehalten wird. Dies wird durch Verwendung eines Induktionsofens erreicht, der eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Wärme ergibt, wobei die dem Ofen zugeführte Leistung während des Ziehvorgangs verringert wird, um die Temperatur der Schmelze zu begrenzen und der Verringerung des Volumens des in dem Ofen befindlichen Schmelzlings während des Ziehvorgangs Rechnung zu tragen.

45 In Fig. 11 sind die Kurven für die zugeführte Leistung in Abhängigkeit von der Zeit veranschaulicht. Sie entsprechen zufriedenstellenden Ergebnissen, die im Fall von Schmelzlingen von etwa 7 kg Gewicht und etwa 20 cm Höhe erzielt wurden. Während der ersten 15 Minuten betrug die Leistung 20 kW und die Erhitzung des Schmelzlings erfolgte verhältnismäßig langsam. Während dieser Anlaufperiode werden die Gase aus dem Ofen abgezogen und der Ofen wie der Schmelzling in den Zustand gebracht, der Voraussetzung dafür ist, daß nunmehr unmittelbar eine intensive Erhitzung folgen kann, bei der, wenn große Rohre gezogen werden, die zugeführte Leistung bis auf 34 und auf 32 kW, wenn es sich um die Herstellung kleiner Rohre handelt, gesteigert wird.

50 Am Ende der ersten Stunde, die der Erhitzungsperiode A entspricht, erreicht die Temperatur des Schmelzlings etwa 2000° C und liegt damit etwas über der Schmelztemperatur des Quarzes. Nunmehr wird der Stopfen 242, der bis dahin den Boden des

Ofens verschloß, weggenommen und das Ziehen beginnt. Wenn die Leistung auf 34 kW gehalten werden würde, so würde im weiteren Verlauf die Kieselsäure verdampfen und mit dem Graphit des Tiegels unter Bildung von Kohlenmonoxyd reagieren, welches Bläschen in dem Endprodukt hervorrufen würde.

In dieser Hinsicht ist auch die Beschaffenheit des Schmelzlings von erheblicher Bedeutung. In einem kompakten Schmelzling ergibt sich eine geringere Bläschenbildung als in einer Charge, die aus Pulver oder Körnern besteht.

Als Folge der Verdampfung von Kieselsäure bildet sich bei der Wiederkondensation der Dämpfe ein braunes Pulver, dessen Vorhandensein ebenfalls schädlich für die Qualität der Rohre ist. Bei Beginn des Ziehvorgangs wird die zugeführte Leistung verringert. Da es mehr Zeit in Anspruch nimmt, einen Schmelzling zu kleinen Rohren zu ziehen als zu solchen von verhältnismäßig großem Durchmesser, wird im Fall größerer Rohre, weil dann der geschmolzene Quarz schneller aus dem Ofen ausfließen muß, mit einer höheren Temperatur gearbeitet.

Die genaue Dauer des Ziehvorgangs ist selbstverständlich umgekehrt proportional zu dem Materialquerschnitt des gezogenen Rohres, und die in Fig. 11 dargestellten Kurven sind deshalb nur als beispielsweise anzusehen. Es ist aus ihnen ersichtlich, daß beim Ziehen eines großen Rohres die Arbeitsphase B 15 Minuten lang dauern kann und die Leistung zu Beginn des Ziehvorgangs von 34 auf 32 kW und später, nach 7 oder 8 Minuten, von 32 auf 28 kW verringert wird. Die gestrichelte Kurve bezieht sich auf die Herstellung von verhältnismäßig kleinen Rohren. In diesem Fall erfordert der Ziehvorgang B' etwa 35 Minuten. Zu Beginn des Ziehens wird die Leistung von 32 auf 30 kW, dann nach 12 Minuten weiter auf 28 kW und nach weiteren 24 Minuten auf 26 kW verringert.

Der Ziehofen ist in Fig. 8 dargestellt. Er ruht auf einer Grundplatte 210, die ihrerseits auf festen vibrationsfreien Fundamenten 209 gelagert ist (Fig. 7). Die Grundplatte kann im zweiten Stockwerk eines Gebäudes angeordnet sein, um derart die notwendige Höhe für die Ziehrollen 249 und die Vorrichtung, welche, sobald das Rohr die Ziehrollen durchläuft, die in geeigneten Zwischenräumen abgeschnittenen Rohrabschnitte aufnimmt, zu gewinnen.

Der Ofen hat zylindrische Form. Er besteht aus einem zylindrischen Außenrohr 212 aus Quarz oder anderem geeignetem feuerfestem Werkstoff. Um dieses Rohr ist eine Kupferschlange 214 gelegt, deren Enden 215 seitlich des Rohres an Zu- und Ableitungen 216 für das Kühlwasser angeschlossen sind. In dem Quarzrohr 212 ist ein auf der Grundplatte 210 aufruhender Ring 218 aus Siliziumkarbid angeordnet. Dieser Ring trägt einen Ring 220 aus reinem Graphit, auf dem ein ebenfalls aus reinem Graphit bestehendes Heizrohr 222 aufruht, das aus einer Reihe von übereinander angeordneten und ineinander geschachtelten Ringen besteht. Zwischen zwei einander benachbarten Graphitringen ist der Ziehdüsenkörper 224 eingeschaltet, der die Form eines Ringkragens besitzt, dessen obere Fläche nach unten geneigt ist und in einer sanften Schräge in eine zentrale kreisförmige Öffnung übergeht.

Der mit der Ziehdüse 224 zusammenwirkende Düsenkern 226 besteht gleichfalls aus reinem Graphit und hat die allgemeine Form eines Kegelstumpfes. Er ist sehr genau eingestellt und in bezug auf die Düse 224 zentriert.

Düse 224 und Düsenkern 226 bilden zwischen sich eine ringförmige Öffnung für den Durchtritt der

70 Schmelze. Selbstverständlich sind die Abmessungen des Düsenkerns und der Düse je nach den Abmessungen des Erzeugnisses, das hergestellt werden soll, verschieden.

Der Düsenkern 226 ist von einem axialen Kanal durchbohrt, in den ein den Kern völlig durchdringender Hohlbolzen 228 aus Graphit eingeschraubt ist. Auf den unteren vorspringenden Teil dieses Bolzens ist ein Dorn 230 aufgeschraubt, dessen eine axiale Bohrung 234 aufweisender Teil 232 mit dem durch den Hohlbolzen 228 gebildeten Kanal und ferner mit vier geneigten Öffnungen 236 in dem oberen verstärkten Teil des Dornes 230 in Verbindung steht. Das obere Ende des Hohlbolzens 228 ist in ein mit Gewinde versehenes Loch in dem unteren Ende eines Graphitschaftes 238 eingeschraubt, der auf seine ganze Länge von einem Kanal 240 durchbohrt ist, der mit zwei Reihen von seitlichen Öffnungen 241 in Verbindung steht. Durch diesen Schaft 238 werden der Düsenkern 226 und der Dorn 230 genau in der Achse des Heizrohres 222 und der Düse 224 gehalten. Dies ist unbedingt erforderlich, denn die geringste Abweichung in bezug auf die relative Lage dieser Teile zueinander würde erhebliche Unterschiede der Abmessungen der gezogenen Rohre ergeben.

Während der dem Ziehen vorhergehenden Erhitzungsperiode ist der Boden des Ofens durch den Stopfen 242 geschlossen. Von diesem Stopfen erstreckt sich mittig nach unten ein Rohrstutzen 244, und in radialer Richtung ein äußeres horizontales Kragstück 246, welches den Raum zwischen Düsenkern und Düsenkörper ausfüllt. Der Stopfen 242 wird in seiner Lage durch eine Anzahl von Graphitbolzen 248 mit verstärkten Köpfen, die sich auf dem unteren Teil des Kragstückes 246 abstützen und in Gewindebohrungen des Düsenkörpers 224 eingeschraubt sind, gehalten. Der Ringraum zwischen dem Heizrohr 222 und dem Quarzmantel 212 ist mit einem wärmeisolierenden Material, z.B. reinem Ofenruß, ausgefüllt.

Die in den Fig. 9 und 10 dargestellte Vorrichtung ermöglicht eine genaue Zentrierung des Düsenkerns 226 und des Dorns 230. Auf einer Seite des Ofens ist auf dessen Grundplatte 210 eine kurze vertikale Säule 260 und auf der anderen Seite des Ofens eine längere Vertikalsäule 262 befestigt. Auf jeder dieser Säulen ist ein Anschlagkörper 264 verschieblich. Auf den beiden Anschlagkörpern ruhen Ansätze 266 und 268 eines wassergekühlten Rohrkörpers 270, der aus vertikalen Hohlpfosten 272 besteht, die an ein horizontales Rohr 274 angeschweißt sind. In der Mitte des Rohres 274 ist ein mit Gewinde versehener Rohrkörper 276 angeordnet, in den ein Gewindering 278 eingeschraubt ist, der die Verstellung des Rohrkörpers 276 in vertikaler Richtung durch Verdrehung mittels eines Paares von Handgriffen 280 ermöglicht. Das obere Ende des Gewinderinges 278 weist kreisförmige Ausnehmungen auf, die mit einem auf dem Ende des vertikalen Rohres 284 sitzenden Kippzapfen 288 zusammenwirken. Durch das Rohr 284 erstrecken sich wenigstens zwei Paare von Einstellschrauben 286, die zur Anlage an ein Innenrohr 300 gelangen. Der obere Teil des Rohres 284 erstreckt sich quer durch ein Rohr 288 von größerem Durchmesser, das aus Teilen der Pfosten 272 besteht, die von dem Kühlwasser durchströmt werden. Die Wandung des Rohres 288 wird von drei Schrauben 290 (Fig. 10) durchdrungen, die an die Oberfläche des Rohres 284 anstoßen. Das durch die vertikalen Pfosten gebildete Gerüst ist mit Zu- und Abführungsleitungen 292 und 294 für das Wasser, ferner einem röhrenförmigen Anschlußstück 296 in der

horizontalen Ebene, welches sich durch das Rohr 276 erstreckt und einen kontinuierlichen Kühlwasserkreislauf bildet, ausgerüstet. Das Kühlwasser tritt in die Leitung 292 ein, strömt in den linken Teil des Gerüsts 272 abwärts, dann in seitlicher Richtung in das horizontale Rohr, das Verbindungsstück 296, den rechten Teil des Rohres 274 und fließt anschließend durch den rechten Pfosten 272 nach oben bis zu der Abflußleitung 294.

Das untere Ende des Innenrohres 300 ist durch einen Gewindestopfen 302 verschlossen, der in den oberen Teil des Schaftes 238 (Fig. 8) eingeschraubt ist. Eine Entleerungsleitung 310, die sich bis zum Boden des Rohres 300 erstreckt, ermöglicht einen Kühlflüssigkeitskreislauf in demselben. Während des Ziehvorgangs steigt die Luft durch Konvektion in dem Rohr, welches gezogen wird, um den Dorn, den Düsenkern und durch den tragenden Schaft 238 nach oben, um durch die seitlichen Öffnungen 241 in dem oberen Teil des Schaftes auszutreten. Die Öffnungen 236 im Kopf des Dorns ermöglichen es zusätzlich, den Raum zwischen dessen oberem Teil und dem herabfließenden Kegel aus geschmolzenem Quarz zu reinigen.

Es ist ferner möglich, durch die Röhren, den Dorn und die Tragvorrichtung Stickstoff oder ein anderes inertes Gas unter Druck zu leiten, um Rauch- und Dampfbildung zu vermeiden. Auch Luft kann für diesen Zweck mit Vorteil verwendet werden, weil dadurch die sich in dem Rohr oder dem Tiegel bildenden Reduktionsprodukte verbrannt werden.

Um den Ofen in Betrieb zu setzen, wird zuerst der Stopfen 242 an dem Ziehdüsenkörper 224 befestigt. Das Rohr 238, welches den Düsenkern 226 und den Dorn trägt, wird in den Ofen abgesenkt, wobei die Grundfläche des Düsenkerns 226 vorübergehend auf dem Stopfen 242 aufruht.

Dann wird in den Ofen ein Quarzschnelzling, der durch das eingangs beschriebene Verfahren mittels der dort erläuterten Vorrichtungen hergestellt wurde, eingebracht. Dieser Schmelzling gleitet an dem Schaft 238 herunter, bis er auf der Oberseite des Düsenkerns 226 aufliegt. Zu diesem Zweck wird das Gerüst 270 angehoben, bis dessen Ansatz 268 von der Säule 260 freikommt und das Gerüst dann um diese Säule gedreht, um den Ofen freizulegen. Nachdem der Schmelzling eingebracht worden ist, wird das Gerüst 270 wieder soweit verdreht, daß der Ansatz 268 über den Pfosten 260 abgesenkt werden kann. Das Rohr 300, das mittels der Handgriffe 280 angehoben worden war, wird mittels der gleichen Handgriffe wieder abgesenkt, so daß der Gewindestopfen 302 in die obere Ausnehmung des Schaftes 238 eingeschraubt werden kann.

Mittels der Schraube 290 erfolgt eine verhältnismäßig grobe Einstellung zwecks vorläufiger Zentrierung des Rohres 300 und des Schaftes 238 gegenüber der Ziehdüse 224. Die Schrauben 286 bewirken dann die Feineinstellung zwecks ganz genauer Zentrierung.

Der Stopfen 242 dient nicht nur zum Verschließen des Bodens des Ofens während der Erhitzung, sondern ermöglicht infolge seiner sehr genauen Abmessungen in Kombination mit dem Dorn, dem Düsenkern und der Düse eine ganz genaue Zentrierung des Düsenkerns und außerdem Festlegung der genauen Höhe desselben gegenüber der Ziehdüse.

Mittels des Gerüsts 270 erfolgt die Einstellung des Schaftes 238 gegenüber der Achse des Ofens so, daß jede Neigung gegenüber dieser ausgeschlossen ist und im Zusammenwirken mit dem Stopfen 242 ein vollkommenes Fluchten bzw. eine vollkomene genaue Stel-

lung der Außen- und Innenteile, aus denen die Ziehdüse und der Düsenkern bestehen, zueinander erzielt wird.

Sobald der Quarzkörper 225 erneut geschmolzen ist, nimmt der Bedienungsmann mittels eines Paares von Zangen zwecks Entfernung des Stopfens 242 die Bolzen 248 ab. Die Viskosität des geschmolzenen Quarzes ist so groß, daß unter der Wirkung der Schwerkraft kaum ein Ausfließen desselben erfolgt. Der Bedienungsmann erfaßt nun den geschmolzenen Quarzkörper mit den Zangen an einer gewissen Zahl von Stellen um den Kopf des Dorns 230 herum unter jedesmaligem Ausüben einer Zugwirkung nach unten. Sobald es ihm gelungen ist, eine Aufeinanderfolge von Zungen aus geschmolzenem Quarz nach unten bis auf einen gewissen Abstand unterhalb des Endes des Dorns 230 zu ziehen, kann er kontinuierlich weiter nach unten ziehen, wobei der geschmolzene Quarz oberhalb des kugelförmigen Anfangsteils Röhrenform annimmt. Anschließend wird weiter unter Angriff am Äußeren des geschmolzenen Körpers nach unten gezogen, bis das gezogene Rohr zwischen die unterhalb des Ofens angeordneten Ziehrollen 249 eingeführt werden kann. Im weiteren Verlauf wird die Ziehgeschwindigkeit genau durch die regelbare Geschwindigkeit der Ziehrollen gesteuert.

In Fig. 13 ist eine andere Ausführung des Ofeninneren, welche gewisse Vorteile gegenüber der beschriebenen bietet, dargestellt. Die Innenwandung des Heizrohres 222 ist hierbei durch eine Muffe oder Auskleidung aus Graphit abgedeckt, die aus einem oberen, oberhalb der Ziehdüse angeordneten Muffenteil 320 und einem unterhalb der Ziehdüse liegenden ebenen solchen Muffenteil 322 besteht.

Die beiden Muffen 320 und 322 bestehen aus reinem Graphit und sind so bearbeitet, daß ihre Wandstärke merklich geringer ist als die des Rohres 222. Der den Düsenkern tragende Schaft 238 ist in ein dünnwandiges Graphitrohr 324 eingesetzt. Zwischen diesem und dem Schaft verbleibt ein Ringraum oder Kanal 326 für den Luftdurchtritt, der zu dem oberen Teil des Ofens führt. Das Rohr 324 ragt bis über den Schmelzling hinaus.

Da sich der Schmelzling während des Ziehvorgangs in geschmolzenem Zustand befindet, findet immer eine Reaktion zwischen dem Graphit der Ofenwandung und dem geschmolzenen Quarz statt, als deren Folge auf der Oberfläche des Schmelzlings Graphitverunreinigungen niedergeschlagen werden. Deshalb ist die Lebensdauer der Graphitkörper verhältnismäßig kurz. Die Verwendung der oben beschriebenen, wenig kostspieligen Schutzauskleidung ermöglicht es, die Lebensdauer der verhältnismäßig teureren Heizrohre und der den Düsenkörper tragenden Schäfte zu verlängern und gleichzeitig die Verunreinigung des geschmolzenen Quarzes durch die während der vorhergehenden Ziehvorgänge angesammelten Verunreinigungen zu verringern. Abgesehen davon ist es sehr leicht, neue Schutzüberzüge vor jedem Ziehvorgang einzubringen und damit die Gefahr von Verunreinigungen noch weiter herabzusetzen.

Die in Fig. 13 dargestellte Vorrichtung weist außerdem auch Verbesserungen in bezug auf die Ausbildung der Ziehdüse und des Düsenkerns auf. Der Düsenkern 328 hat ebenfalls die Form eines Kegelstumpfes, jedoch ist seine Grundfläche leicht einwärts gekrümmmt, und er weist eine Anzahl von äußerer Rillen oder ringförmigen Einschnürungen 332 auf, deren jede bei 334 mit einer ringförmigen Innenkammer 336 in Verbindung steht, die sich nach oben in den zwischen dem

den Düsenkern tragenden Schaft 238 und der Muffe 324 gebildeten Kanal 326 erstreckt.

Der Ziehdüsenkörper 340 ist auf einer oberen Seite mit einer Reihe von ringförmigen Einschnürungen 342 versehen, von deren jeder eine durchgehende vertikale Bohrung 344 ausgeht. In der unteren Fläche der Ziehdüse eingeschnittene Gewindelöcher 346 nehmen die Bolzen auf, die den Stopfen halten.

Die Rillen und Öffnungen des Düsenkerns und des Düsenkörpers haben wesentliche Aufgaben.

Vor allem verringern sie die Größe der in Kontakt mit dem geschmolzenen Quarz stehenden Fläche und erleichtern damit den Ziehvorgang unter Verringerung der Neigung des Quarzes zur Entglasung, ferner von Deformationen und Rissen in der Oberfläche des Enderzeugnisses. Ferner ermöglichen diese Öffnungen den Austritt der heißen Kieselsäuredämpfe oder Verunreinigungen aus dem Ofen, die deshalb nicht in den Quarzkörper eingeschlossen werden, wo sie sonst in dem Endprodukt sehr kleine Bläschen bilden würden, die einen Teil, wenn nicht die Gesamtheit des gezogenen Produktes zu Ausschuß machen.

Die Wirkung des Dorns besteht nicht so sehr in der Gestaltung des Rohres, sondern vielmehr in der Stabilisierung der endgültigen Abmessungen des selben.

Fig. 12 veranschaulicht die Faktoren, die zu berücksichtigen sind, um die Länge des Dorns zu bestimmen. Wie ersichtlich, ist der geschmolzene Quarz, wenn er aus dem Düenspalt austritt, verhältnismäßig wenig viskos und deformed sich leicht (Zone C).

Während seiner Abwärtsbewegung kühlt er ab und wird deshalb härter und widerstandsfähiger gegenüber Beanspruchungen, die zu seiner Verformung führen können. Schließlich wird er vollkommen hart, d. h. seine Viskosität praktisch unendlich, und das Rohr kann nicht mehr verformt werden (Zone E). Zwischen diesen beiden extremen Zuständen ergibt sich ein Zwischenzustand, der als die »Periode der beginnenden Erstarrung« bezeichnet werden kann. Das Schmelzgut passiert also zuerst eine Zone, in welcher es noch viskos ist, dann eine Zone, in der die Erstarrung beginnt, und schließlich eine Zone, in welcher die Erhärtung erfolgt und das Rohr seine endgültigen Dimensionen annimmt.

Es ist von besonderer Bedeutung, daß das untere Ende des Dorns in der Zone der beginnenden Erstarrung, d. h. kurz vor der Zone liegt, in der die Erhärtung erfolgt. Hieraus ergibt sich, daß der Dorn den gleichen Durchmesser haben müßte wie der Innendurchmesser des fertigen Rohres. Die besten Ergebnisse werden jedoch erzielt, wenn die Abmessungen des Dorns etwas größer sind als der endgültige Innendurchmesser des Rohres und ein merklicher Abstand oberhalb der Erhärtungszone, die sich von F bis G erstreckt, vorhanden ist.

Zwecks besseren Verständnisses ist in der Figur die Zone der beginnenden Erstarrung in eine primäre Zone D und eine sekundäre Zone D' unterteilt worden, deren erste oberhalb der zweiten liegt. Der Durchmesser des Dorns ist etwas größer als der Innendurchmesser des Rohres. In der sekundären Erstarrungszone erfolgt ein gewisses zusätzliches Ziehen und hierbei Zusammenziehen des Rohres. Wenn sich der Dorn nicht in die primäre Zone der beginnenden Erstarrung erstrecken würde, so ergeben sich von den gewünschten abweichende Abmessungen des Endproduktes. Es ist dann möglich, daß die Außen- und Innenflächen nicht konzentrisch sind und das Rohr Verformungen bzw. Verkrümmungen aufweist.

Andererseits erfolgt, wenn der Dorn sich in die sekundäre Zone der Erstarrung erstreckt, keine einwandfreie Abwärtsbewegung des Rohres, sondern dieses krümmt sich, und es steht keine hinreichende Zeit 5 (oder Strecke) zur Verfügung, um das Rohr auf den gewünschten Innendurchmesser zu ziehen. Wenn der Dorn die richtige Länge besitzt, so ist an seinem Ende während des Ziehvorgangs ein knirschendes Geräusch hörbar. Da die optimale Länge des Dorns je nach den 10 Abmessungen und der Dicke der Wandstärke des zu ziehenden Rohres verschieden ist und auch von der Ziehgeschwindigkeit und der Viskosität abhängt, ist eine gewisse Erfahrung notwendig, um unter genau festgelegten Bedingungen die optimale Länge des Dorns zu bestimmen. Zufriedenstellende Ergebnisse wurde unter Verwendung von Dornen von 160 bis 260 cm Länge erzielt. Zum Beispiel ergaben sich gute Erfolge im Falle der nachstehend zusammengestellten Kombinationen von Abmessungen:

	Abmessungen in mm		
Innendurchmesser des Rohres	14	20	75
25 Außendurchmesser des Rohres	16	23	80
Länge des Dorns	240	240	170
Außendurchmesser des Dorns	14,5	20,5	75,7
Ziehdüseninnendurchmesser ..	90	110	120
Düsenkern Außendurchmesser	67	85	83

Die Lage der primären Zone beginnender Erstarrung hängt selbstverständlich von dem Volumen des geschmolzenen Quarzes ab, das in einer gegebenen Zeitdauer aus der Düsenöffnung austritt, und dieses Volumen wird seinerseits wieder durch die Abmessungen der Düse und des Düsenkerns, ferner die Geschwindigkeit, mit der sich das Schmelzgut längs des Dorns bewegt, bestimmt. Da der Dorn hohl ist und die Luft passieren läßt, die in dem gezogenen Rohr längs des Dorns und seines Trägers aufsteigt, um am oberen Teil des Ofens auszutreten, beeinflußt der Dorn selbst in gewissem Grade die Kühlgeschwindigkeit des geschmolzenen Quarzes. Ein Dorn von der richtigen Länge stabilisiert die Lage der primären Zone der beginnenden Erstarrung. Wie ersichtlich, übt der Dorn, 35 da sein Durchmesser größer ist als der Innendurchmesser des herzustellenden Rohres, im Falle des Verfahrens gemäß der Erfindung nicht die klassische Funktion eines Ziehdorns aus, wie das beim Ziehen 40 von Glas der Fall ist, bei dem das Glas vor dem Erreichen des Dorns noch nicht die endgültige Form erreicht hat.

Bei der Vorrichtung gemäß der Erfindung dient der Dorn vielmehr zunächst dazu, zu verhindern, daß die ausfließende Schmelze bzw. der aus dieser bestehende Körper sich deformed, solange er noch etwas viskos ist. Er stabilisiert die Dimensionen des Erzeugnisses in einem Zustand der teilweisen Erstarrung und legt den Abstand fest, aus welchem das Fertigziehen des Rohres erfolgt, wobei die Außenkante des Dorns als Trag- oder Stützorgan dient, welches das gezogene Gut gegen die Stoßwirkungen der Ziehrollen schützt.

Wesentlich ist ferner, daß längs des Dorns ein bestimmtes Temperaturgefälle vorhanden ist, das eine erhebliche Rolle für die Geschwindigkeit der Erstarrung des gezogenen Materials spielt und zusätzlich die Stabilisierung der Rohrform erleichtert.

Die vorstehend beschriebenen Zonen sind selbstverständlich nicht genau definiert bzw. nicht in Abschnitte 50 zerlegbar, sondern gehen, da die Kühlung und Erhär-

tung des Quarzes einen kontinuierlichen Vorgang bildet, ineinander über. Die vorstehend gegebene Definition der Zonen erfolgte lediglich zur Erläuterung der damit zusammenhängenden Gesichtspunkte der Erfindung, die insoweit auf der Erkenntnis beruht, daß ein in einem zweckmäßigen Abstand unterhalb der Düsenmündung angeordneter Dorn eine Stabilisierungswirkung auf die Abmessungen des fertigen Rohres ausübt. Wenn das Rohr ohne Verwendung eines Dorns der vorstehend beschriebenen Art gezogen werden würde, so könnten keine besseren Toleranzen der Abmessungen des Erzeugnisses erzielt werden als $\pm 6\%$, während die unter Verwendung eines Dorns gemäß der Erfindung hergestellten Rohre nur Toleranzen von allenfalls $\pm 2\%$ gegenüber den vorgeschriebenen Abmessungen aufweisen. 15

Die vorstehend im einzelnen beschriebene Ausbildung der Ziehdüse, des Düsenkerns und des Dorns ist für die Herstellung von zylindrischen Rohren bestimmt. Durch zweckmäßige Kombination und Gestaltung dieser Teile können Körper von den verschiedensten Formen, wie Rohre von quadratischem, ovalem oder rechteckigem Querschnitt, solche mit mehreren Bohrungen usw., hergestellt werden. 20

Das Verfahren und die Vorrichtung gemäß der Erfindung sind in ihrer Anwendung ausschließlich auf reine geschmolzene Kieselsäure, im Gegensatz zu Gläsern, die verhältnismäßig erhebliche Zusätze an Elementen, wie Blei, Bor od. dgl., enthalten, beschränkt, jedoch soll durch die Verwendung des Wortes »rein« nicht das Vorhandensein von solchen Elementen oder Verbindungen zu dem Ausgangsgut ausgeschlossen sein, welche absichtlich in sehr kleinen anteiligen Mengen zugesetzt werden, um besondere Ergebnisse zu erzielen, d. h., das Verfahren bezieht sich auf Erzeugnisse, welche wenigstens 99% reine Kieselsäure enthalten. 25 30 35

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von Rohren und anderen Profilkörpern aus durchsichtigem, reinem Quarz durch Ausziehen eines in einem ersten Schmelzvorgang in einem Hochfrequenzinduktionsofen erschmolzenen, für den Ziehvorgang wiedergeschmolzenen Schmelzlings, dadurch gekennzeichnet, daß das Erschmelzen des pulverförmigen oder körnigen, praktisch reinen Quarzes in einem Induktionsofen erfolgt, wobei zuerst der Ofen mit voller Stärke gefahren wird, so daß die Temperatur des Quarzes schnell bis auf 375°C ansteigt, und anschließend die Stärke des Ofens verringert wird, so daß die Temperatur des Quarzes langsamer bis etwa 1750°C ansteigt und ein fortschreitendes Wandern der Verunreinigungen quer durch die Quarzmasse erfolgt, wobei die Verunreinigungen durch Einwirken eines Vakuums auf der Seite, auf welcher sie austreten, entfernt werden und der homogene, aus reinem, durchsichtigem Quarz bestehende Schmelzling in einem zweiten Schmelzverfahren zuerst langsam, dann schneller auf eine etwas höher als die Schmelztemperatur liegende Temperatur von etwa 2000°C erhitzt wird, die dann während des Ziehverfahrens stufenweise wieder gesenkt wird. 40 45 50 55 60 65

2. Hochfrequenz-Vakuum-Induktionsofen zur Durchführung des ersten Schmelzvorgangs des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einem aus reinem Graphit bestehenden Schmelziegel, dadurch gekennzeichnet, daß der Ofen aus einem Innenrohr 70

(92) aus mehreren übereinander angeordneten, ineinander eingeschalteten reinen Graphitringen, einem koaxial zu diesem angeordneten Außenrohr (36) aus geschmolzenem Quarz, das von der Hochfrequenzwicklung (60), deren Windungen im oberen und im unteren Bereich enger aneinanderliegen als in ihrem mittleren Bereich, umgeben ist und einem Mittelrohr (28) aus Quarz besteht, wobei der Raum zwischen dem Innenrohr (92) und dem Mittelrohr (28) sowie der untere Teil des Innenrohres mit einer Wärmeisolation aus Körpern aus reinem Siliziumkarbid ausgefüllt ist und der außen gewindeartig gerillte und aus einem Stapel von ringförmigen Elementen zusammengesetzte Schmelziegel (98), dessen Innenwandung aus einer Reihe von ineinandergeschachtelten Graphitrohren (100) besteht, die nach unten zu leicht konisch ausgebildet sind und deren Mantel Löcher aufweist, im Innern des Innenrohres (92) angeordnet ist und die verschiedenen Rohre (92, 96, 28) auf einer von unten gekühlten Platte (14) aufruhen. 15

3. Ofen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb des durch die Graphitrohrabschnitte (100) gebildeten Kamins ein Rohr (102) angeordnet ist, das nach einem in der Platte (14) angeordneten Schauglas (22) zu offen ist und in seinem Scheitelpunkt (104) eine seitliche Öffnung (106) aufweist, die Beobachtungen mittels eines optischen Pyrometers ermöglicht. 20

4. Ofen zur Durchführung der Wiederschmelz- und Ziephase des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ofen aus einem Innenrohr (222) aus Graphit und einem Außenrohr (212) aus Quarz, um das die Hochfrequenzinduktionswicklung (214) oder -schlange angeordnet ist, in zueinander koaxialer Anordnung besteht. 25

5. Ofen mit einem Ziehdüsenkörper, einem Düsenkern und einem Dorn nach Anspruch 4 zur Herstellung von Rohren, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge des Dorns (230) so bemessen ist, daß er sich bis in die Zone (D, D') des gezogenen Quarzrohres erstreckt, in welchem das geschmolzene Gut beginnt, zähflüssig zu werden. 30

6. Ofen nach Anspruch 4 und 5, gekennzeichnet durch einen ringförmigen, abnehmbar an dem Düsenkörper befestigten Stopfen (242), durch den sein Boden bzw. die Ziehdüse (224) abgeschlossen werden kann und der gleichzeitig die Zentrierung des Düsenkerns (226) und die Festlegung seiner Höhe gegenüber dem Düsenkörper bewirkt. 35

7. Ofen nach Anspruch 4 bis 6, gekennzeichnet durch einen der genauen Zentrierung des Düsenkerns (226) und des Dorns (230) dienenden hohlen und in einen Kühlmittelstrom eingeschalteten Schaft (300), der in einen den Düsenkern tragenden Schaft (238) eingeschraubt ist und in einem Außenrohr (284) verläuft, dessen Wandung von Regelschrauben (286) durchdrungen sind, mit deren Hilfe die Richtung des Schaftes (300) verstellt werden kann. 40

8. Ofen nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Außenrohr (284) von einer bügelförmigen Vorrichtung (270) getragen wird, die mit Hilfe von seitlichen Ansätzen der hohlen und an einen Kühlmittelstrom angeschlossenen Bügelschenkel (272) an zwei sich von dem festen Teil nach oben erstreckenden Pfosten (260, 262) von verschiedener Höhe befestigt werden kann, in solcher Anordnung, daß nach Lösen des Bügels vor 45 50 55 60 65 70

dem kürzeren der beiden Pfosten (260) die gesamte Bügelanordnung um den längeren (262) verschwenkt werden kann und derart den Ofen zwecks Einführung eines Schmelzlings (225) freilegt.

9. Ofen nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch 5 Regelschrauben (290) zur Einstellung des Außenrohres (284) gegenüber dem Scheitel des Bügels (270).

10. Ofen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenwandung des Innenrohres (222) 10 durch eine Muffe oder Auskleidung (320) aus Graphit abgedeckt ist.

11. Ofen nach Anspruch 4 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß der den Düsenkern tragende Schaft (238) unter Belassung eines freien Zwischenraumes von einer Graphitmuffe (324) umgeben ist. 15

12. Ofen nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die untere Seite des Düsenkerns (328) ab-

gerundet ist und die obere Seite ringförmige Rinnen oder Einschnürungen (332) aufweist, die mit einer im Kernkörper ausgesparten Kammer (336) in Verbindung stehen, welche ihrerseits mit dem freien Zwischenraum zwischen dem den Düsenkern tragenden Schaft (238) und der diesen umgebenden Muffe (324) verbunden ist.

13. Ofen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß in dem oberen Teil des Ziehdüsenkörpers ringförmige Auskehlungen (342) angeordnet sind, die mit sich über die Höhe des Düsenkörpers erstreckenden Kanälen (344) in Verbindung stehen.

In Betracht gezogene Druckschriften:

Deutsche Patentschriften Nr. 154 464, 490 963, 549 676, 567 863, 682 719, 698 097, 836 081, 853 800, 865 644, 903 856;

Zeitschrift Chemie-Ingenieur-Technik, 28. Jahrgang, 1956, Nr. 5, S. 350 bis 365.

Hierzu 4 Blatt Zeichnungen

FIG. 1

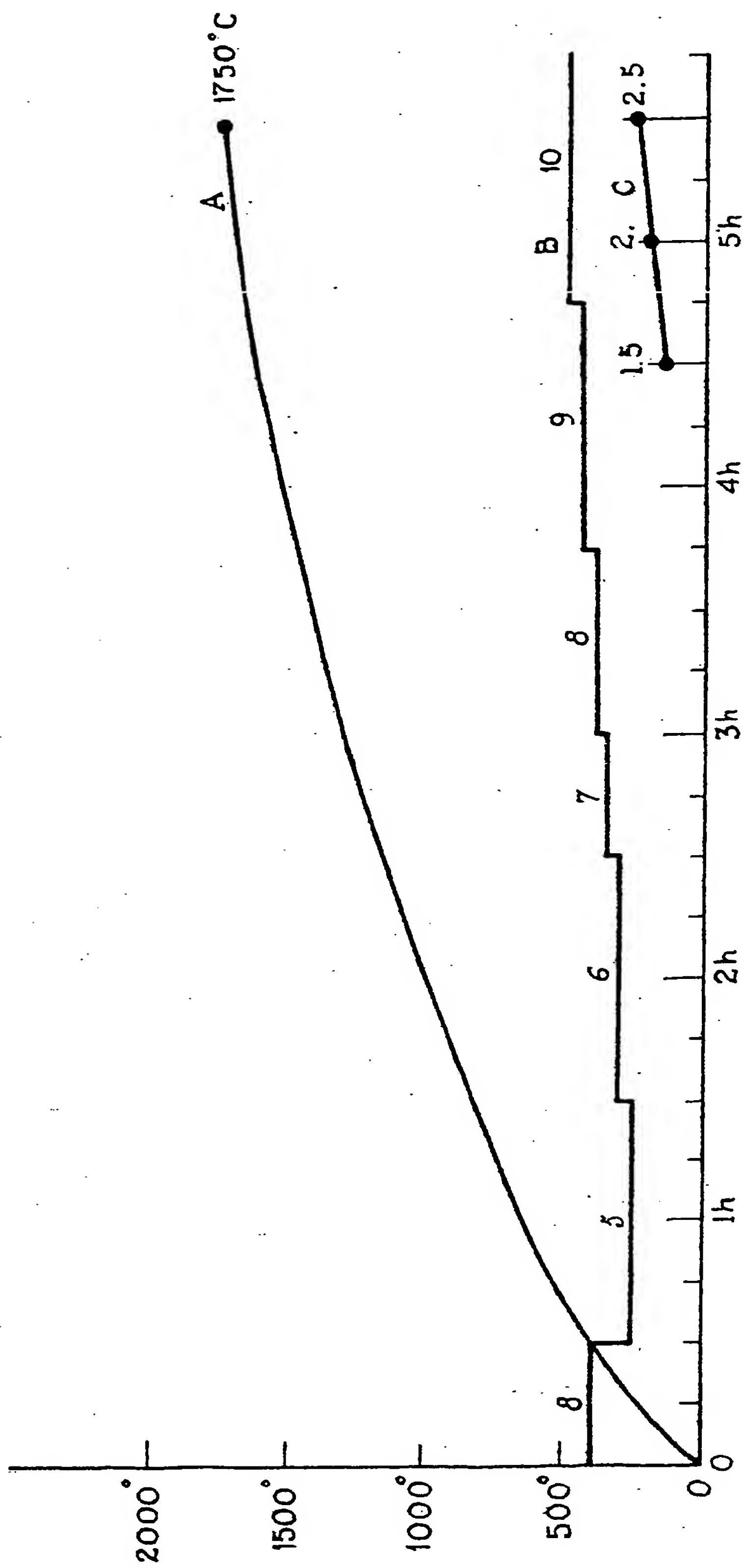


Fig.2

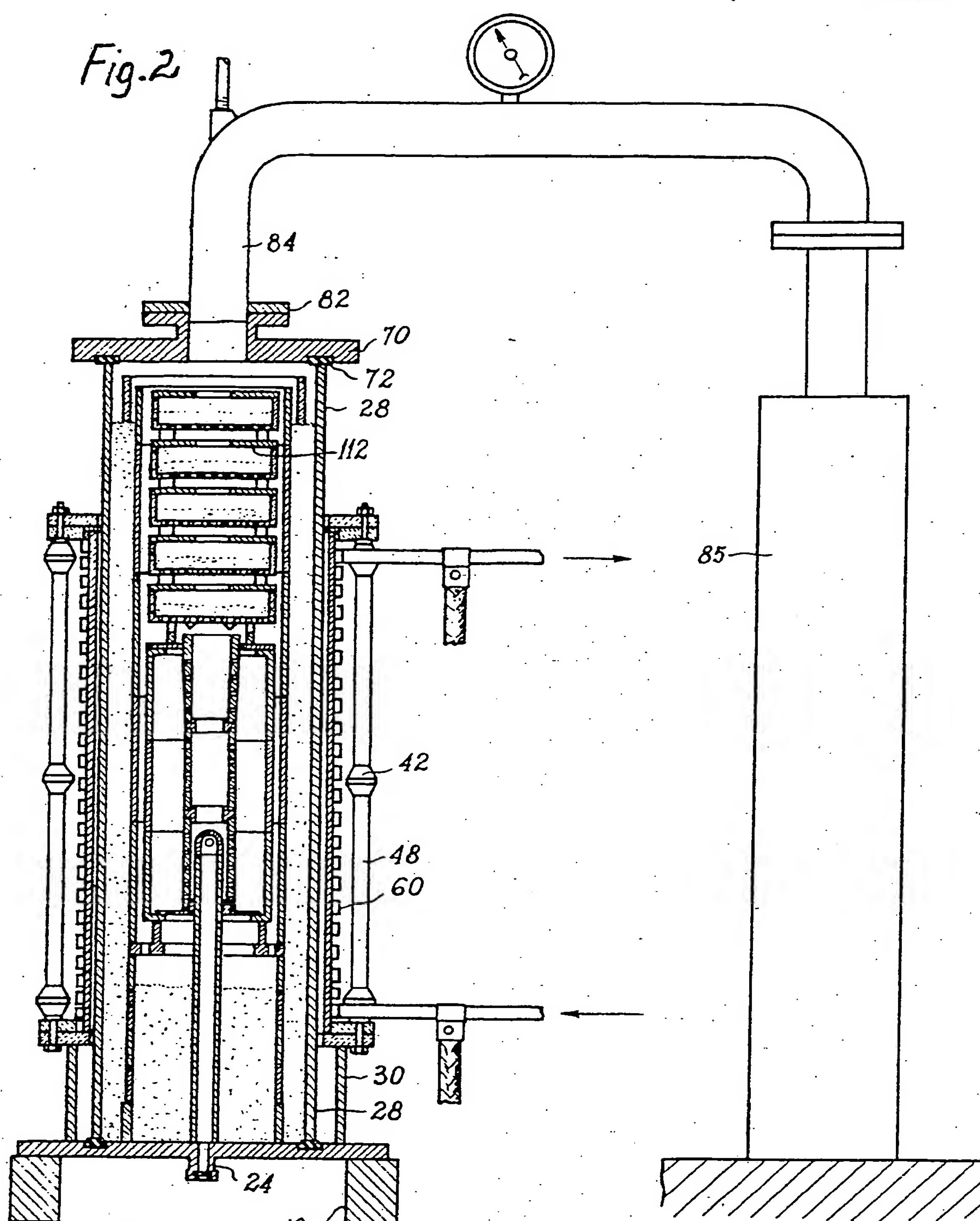


Fig.6

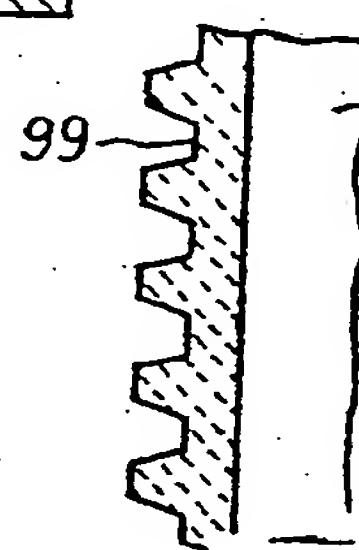


Fig. 3

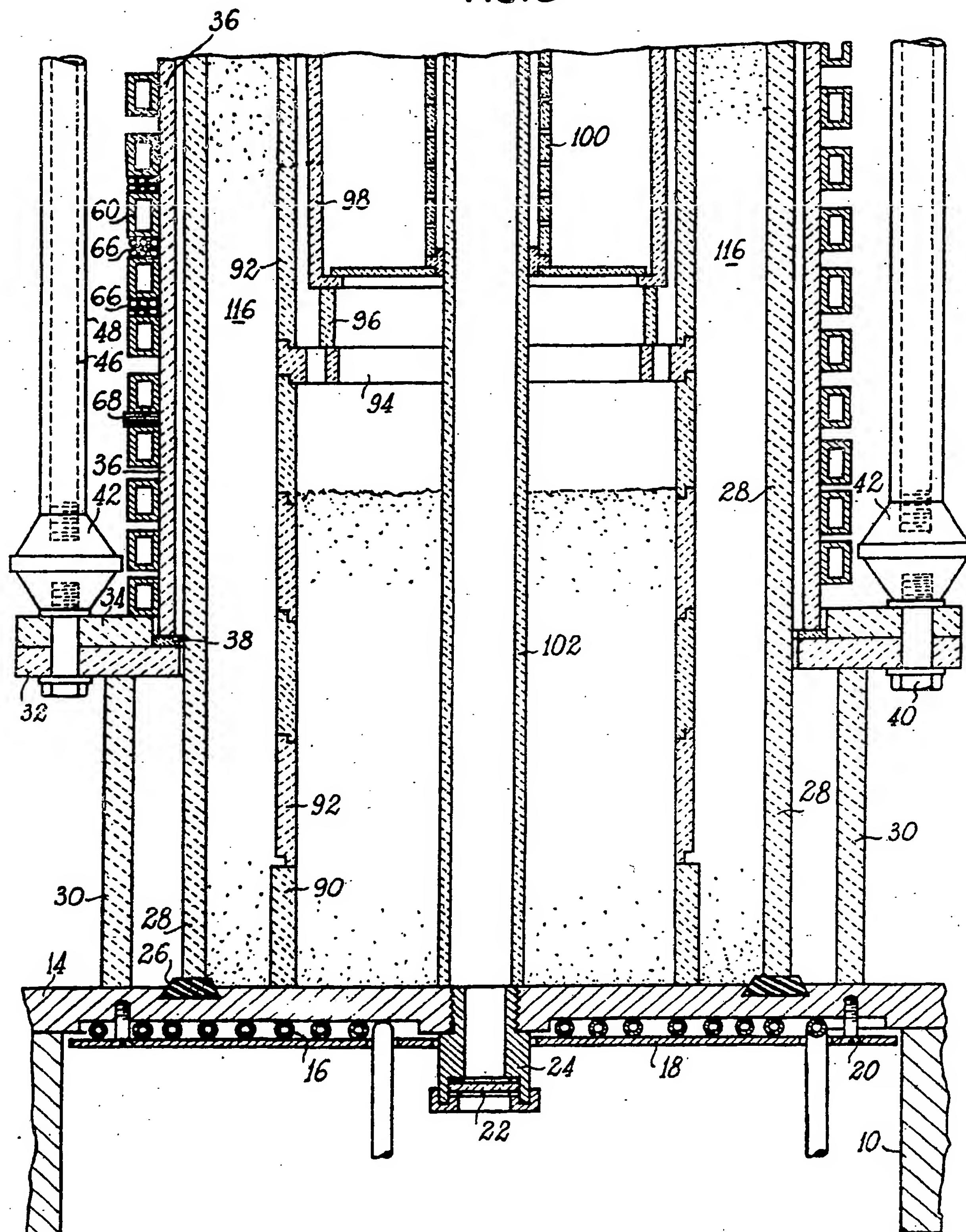


Fig. 4

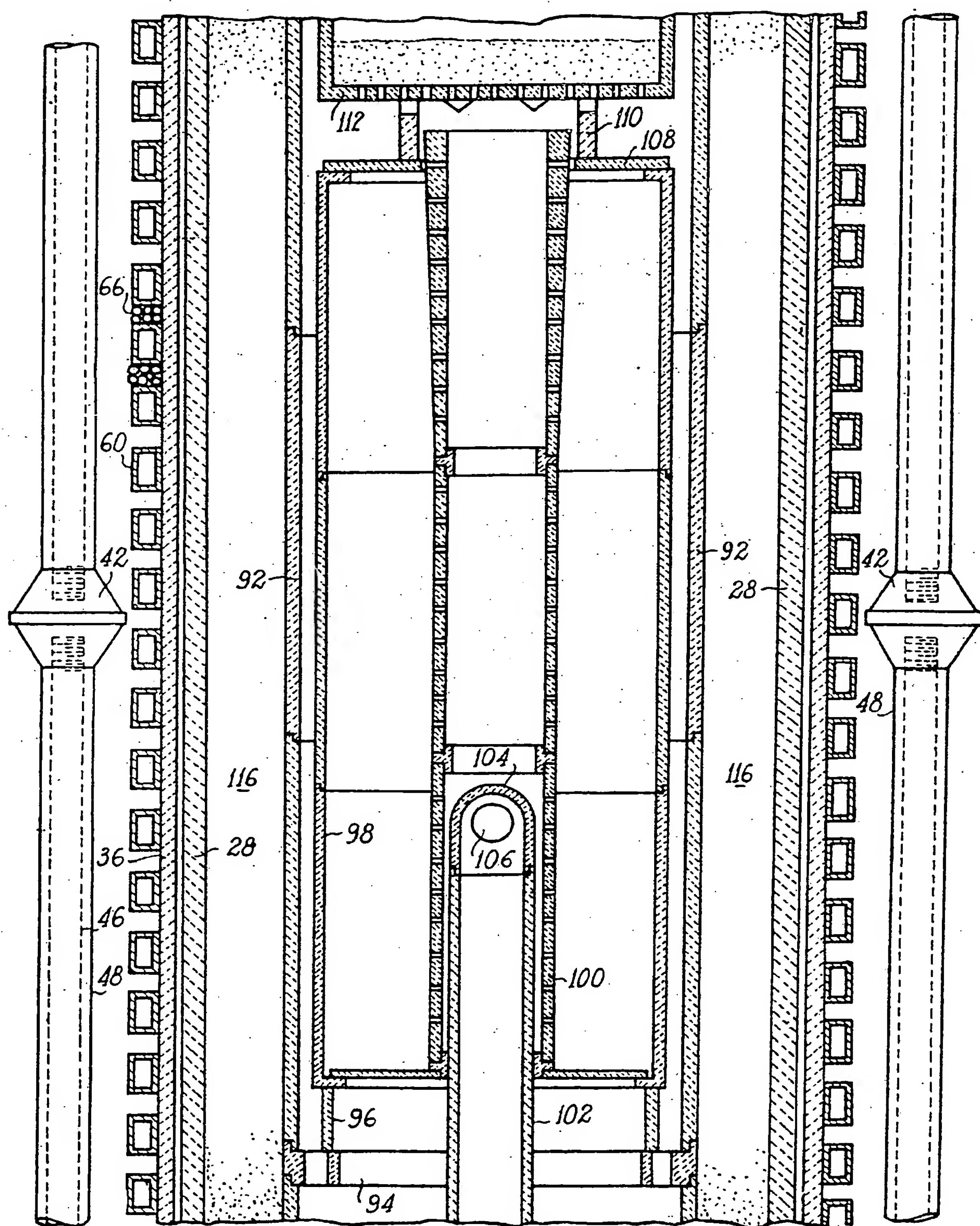
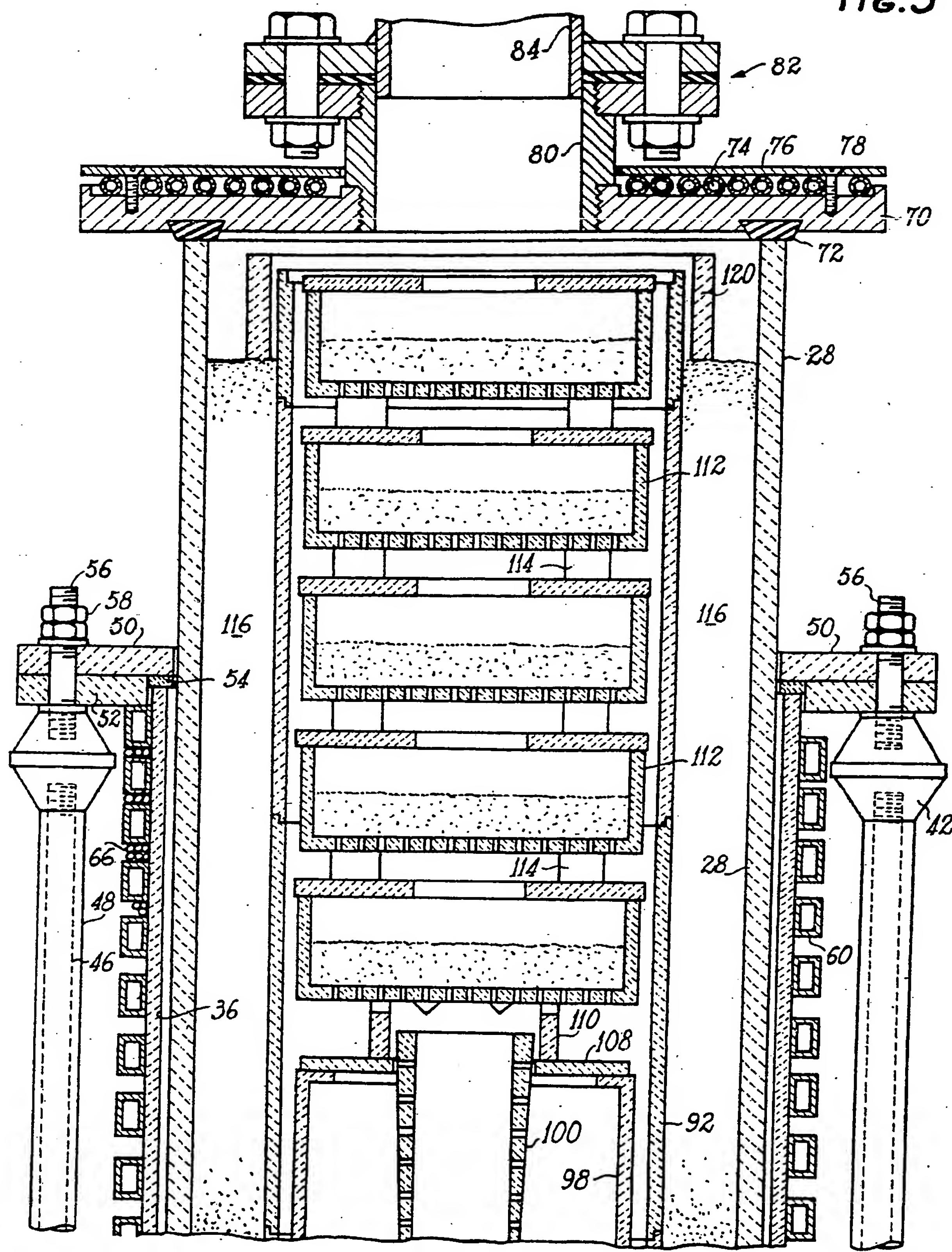
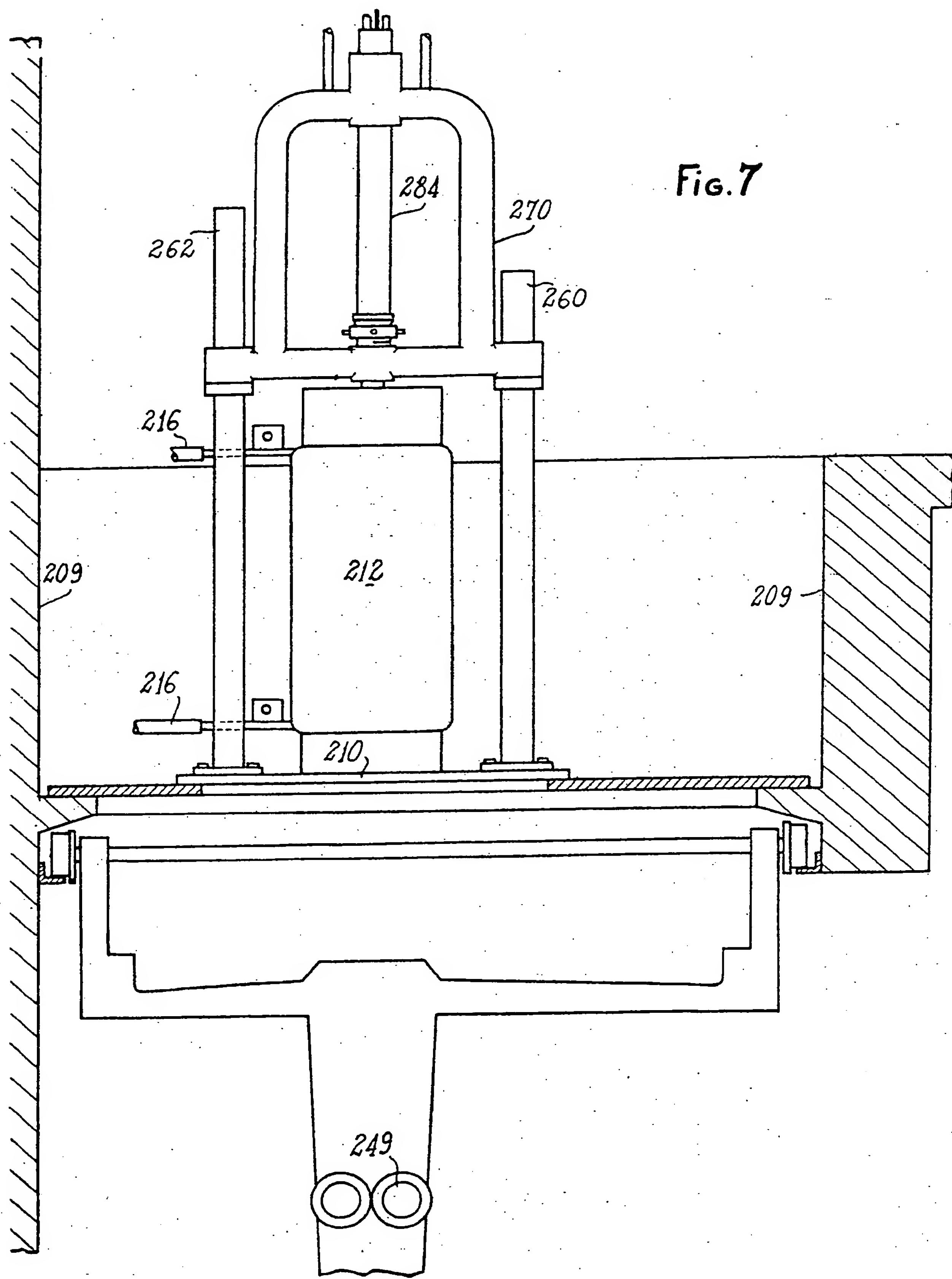


Fig.5





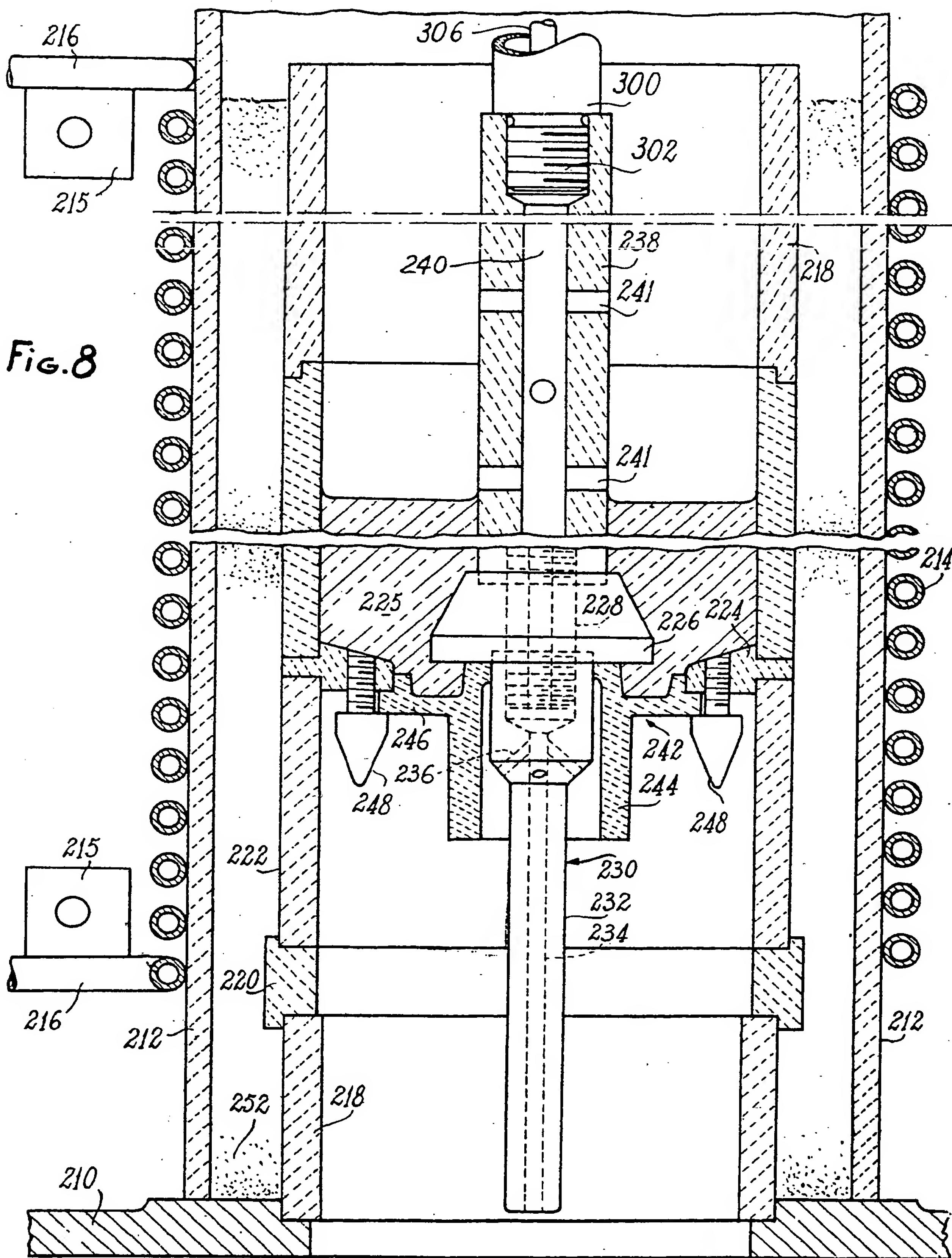


Fig.9

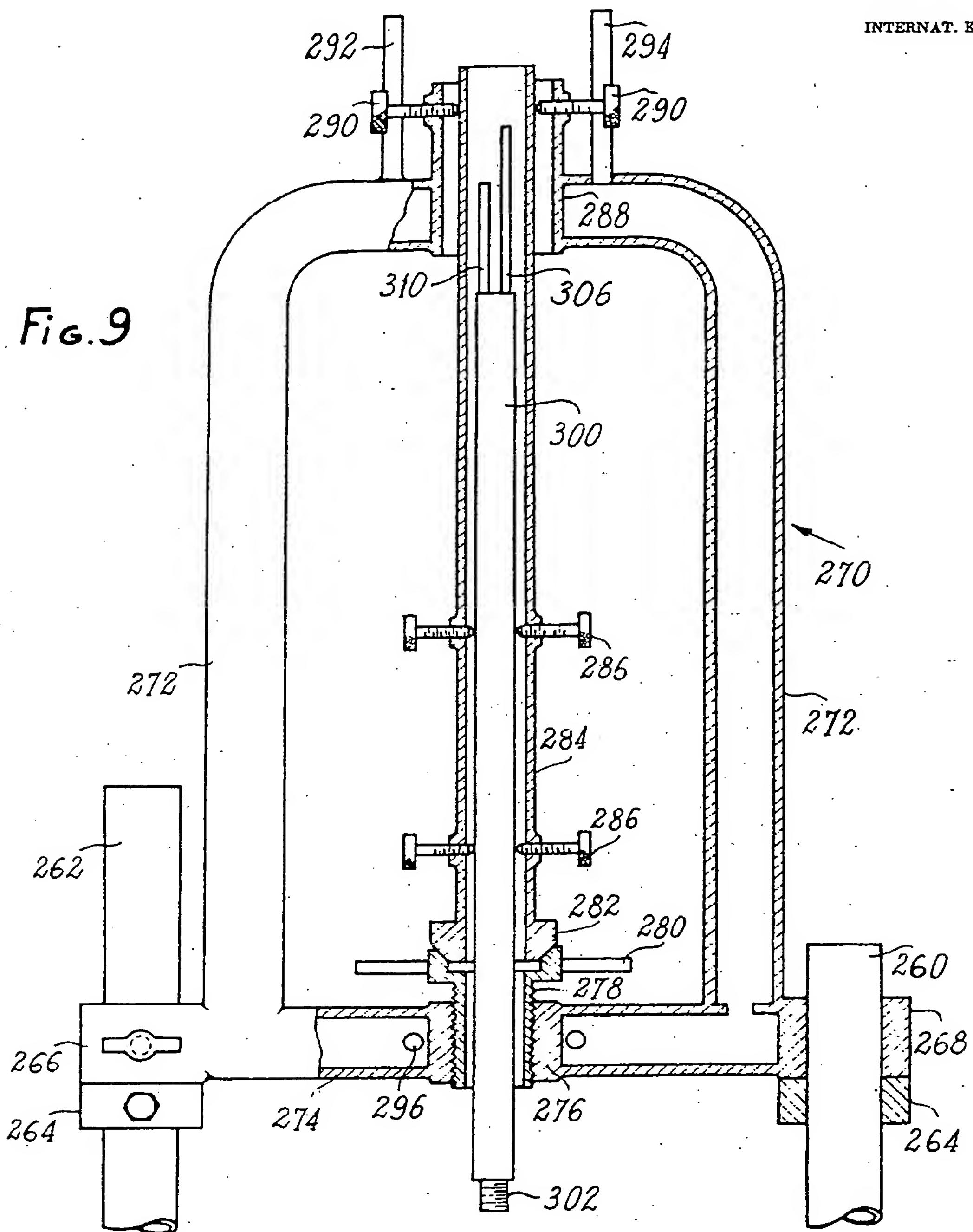


Fig.10

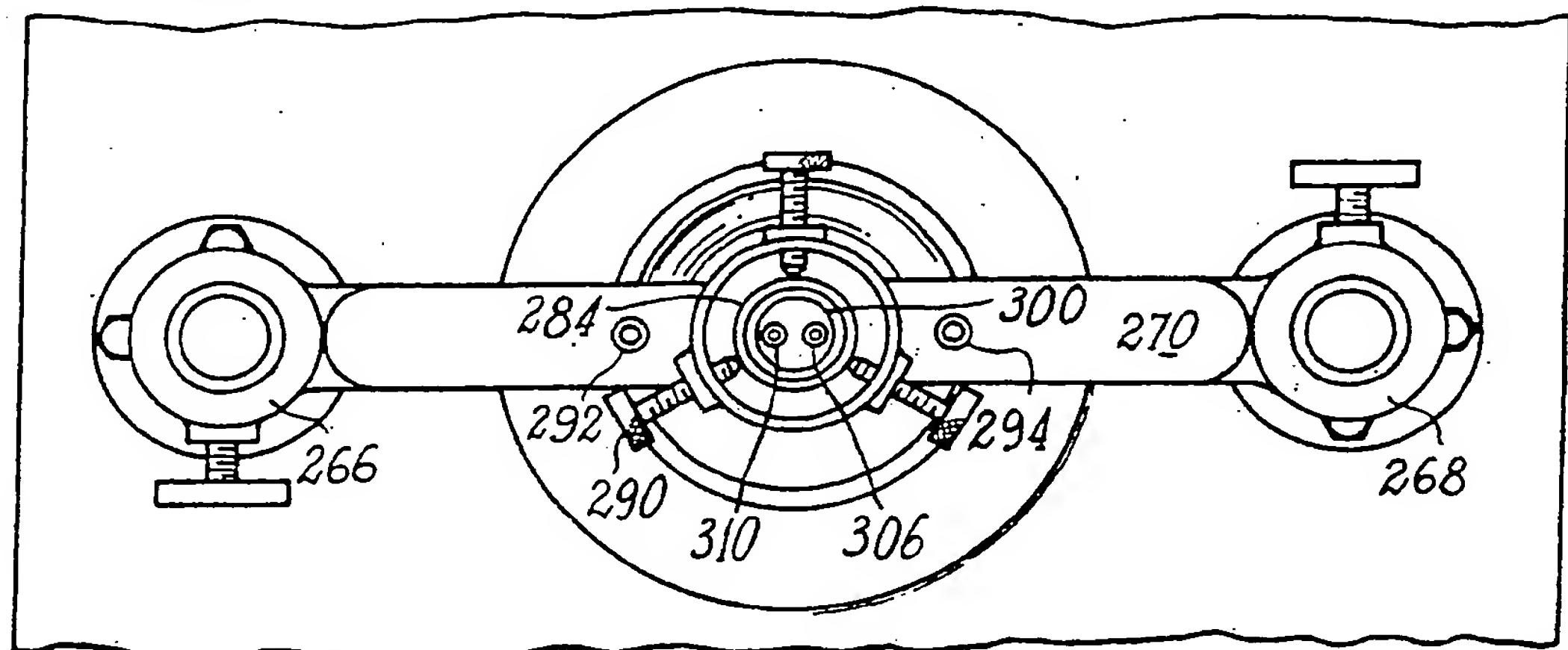
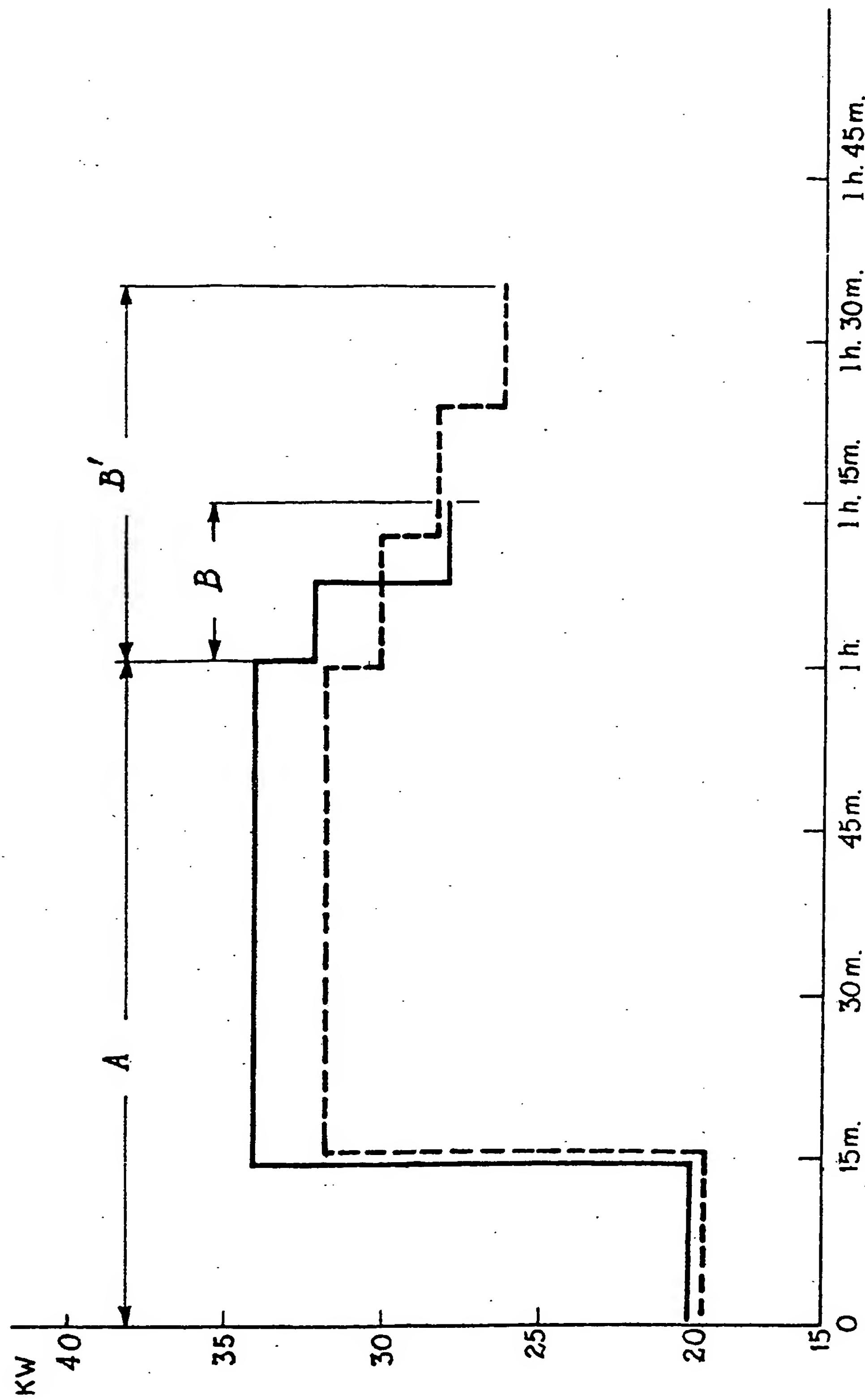


Fig. II



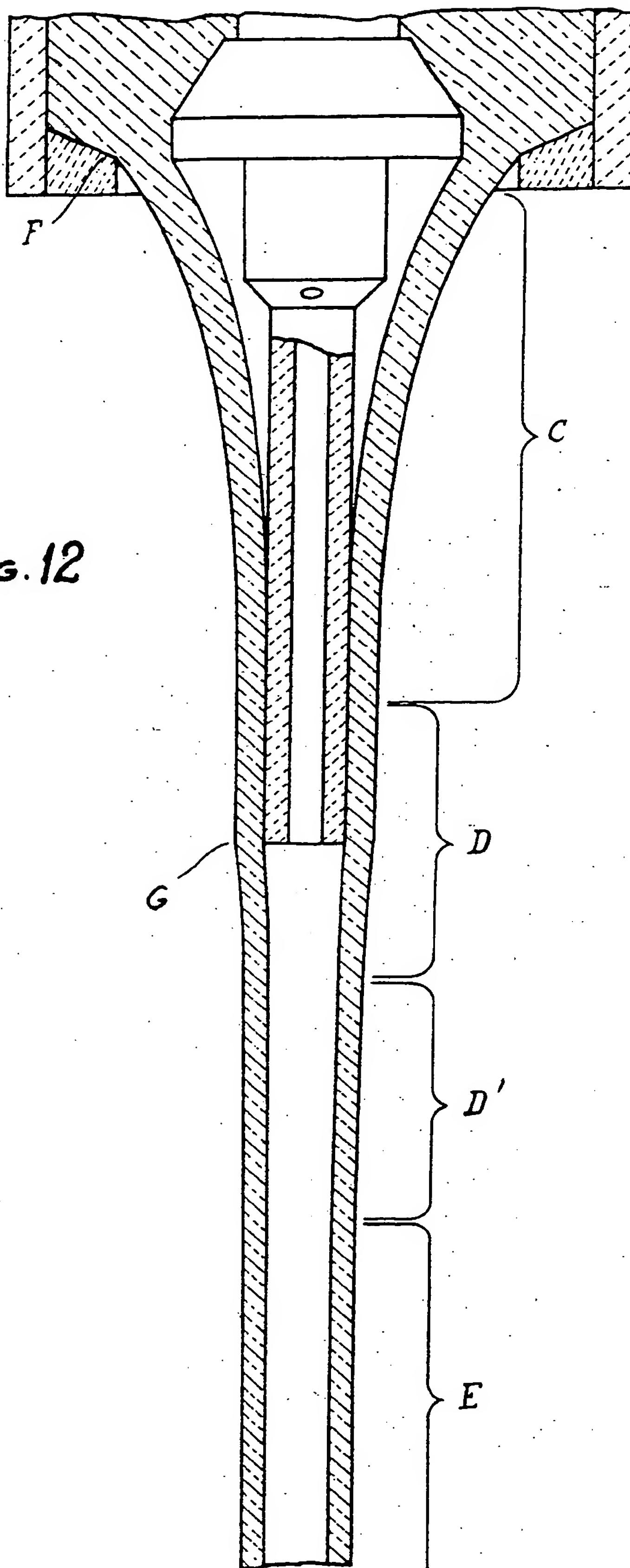


Fig. 12

Fig. 13

